

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-219418

(43)Date of publication of application : 18.08.1998

(51)Int.Cl.

C23C 8/26

(21)Application number : 09-038341

(71)Applicant : NIPPON BELL PARTS KK
TOKAI UNIV

(22)Date of filing : 06.02.1997

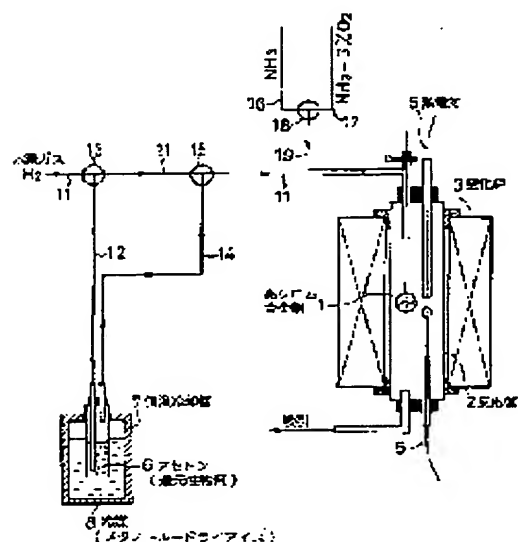
(72)Inventor : GENMA KUNIYASU
KAWAKAMI MAMORU
NISHIHATA MIKIO

(54) METHOD FOR NITRIDING HIGH-CHROMIUM ALLOY STEEL WITH GASEOUS AMMONIA

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To easily form a nitrided layer by reducing the passive film of the surface of a high-chromium alloy steel without previously subjecting the steel to a pretreatment.

SOLUTION: The high-chromium alloy steel 1 is arranged in the high-temp. gaseous ammonia in a reaction tube 2 heated by a nitriding furnace 3. After the high-chromium alloy steel 1 attains a prescribed nitriding temp., acetone 6 is introduced with gaseous hydrogen as a carrier gas into the reaction tube 2 where higher-activity carbon monoxide and reducing radicals are formed on the high-chromium alloy steel 1 by the pyrolysis of the acetone 6, by which the passive film on the surface of the high-chromium alloy steel 1 is



reduced and the nitriding of the high-chromium alloy steel 1 by the gaseous ammonia is facilitated.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 14.11.2003

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 28.03.2006

BEST AVAILABLE COPY

THIS PAGE BLANK (USPTO)

[Kind of final disposal of application other than
the examiner's decision of rejection or
application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision
of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(11)特許出願公開番号

特開平10-219418

(43)公開日 平成10年(1998)8月18日

(51) Int.Cl.⁶ .
C 2 3 C 8/26

識別記号

F I
C 2 3 C 8/26

審査請求 未請求 請求項の数 5 FD (全 12 頁)

(21)出願番号 特願平9-38341

(22)出題日 平成9年(1997)2月6日

(71)出願人 591026137

日本ベルパーツ株式会社

千葉県八千代市大和田新田601番地36

(71) 出題人 000125369

学校法人東海大学

東京都渋谷区富ヶ谷2丁目28番4号

(72) 発明者 源馬 国恭

神奈川県秦野市鶴巻1835番地17号

(72)發明者 河上 護

東京都目黒区大岡山1丁目16番17号

(72)發明者 西畑 三樹男

千葉県八千代市大和田新田601番地36 日

本ベルパーツ株式会社内

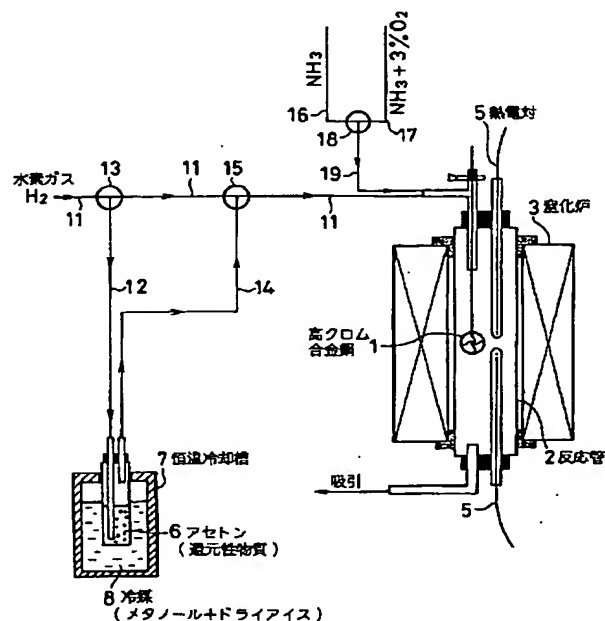
(74)代理人 弁理士 河原 純一

(54)【発明の名称】 高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法

(57) 【要約】

【課題】 あらかじめ前処理を施すことなしに高クロム合金鋼の表面の不働態皮膜を還元し、窒化層が容易に形成されるようにする。

【解決手段】 窒化炉 3 により加熱された反応管 2 内の高温のアンモニアガス中に高クロム合金鋼 1 を配置し、高クロム合金鋼 1 が所定の窒化温度に達した後に、アセトン 6 を水素ガスを担体ガスとして反応管 2 内に導入して、アセトン 6 の熱分解により活性な酸化炭素と還元性ラジカルとを高クロム合金鋼 1 上において生成することにより高クロム合金鋼 1 の表面の不動態皮膜を還元し、高クロム合金鋼 1 のアンモニアガスによる窒化を容易化する。



【特許請求の範囲】

【請求項1】 高温のアンモニアガス中で高クロム合金鋼が所定の窒化温度に達した後に、熱分解により活性な一酸化炭素と還元性ラジカルとを金属表面において生成する還元性物質を前記アンモニアガス中に供給して前記高クロム合金鋼の表面の不働態皮膜を還元し、前記高クロム合金鋼の前記アンモニアガスによる窒化を容易にすることを特徴とする高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法。

【請求項2】 前記還元性物質がアセトンであり、アセトン蒸気を担体ガスによってアンモニアガス中に導く請求項1記載の高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法。

【請求項3】 前記還元性物質がアセトンであり、アセトンをアンモニアガス中に噴霧する請求項1記載の高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法。

【請求項4】 前記高クロム合金鋼の表面の不働態皮膜が還元された後も前記還元性物質の供給を継続して、前記高クロム合金鋼の窒化とともに浸炭を進める請求項1記載の高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法。

【請求項5】 前記高クロム合金鋼の表面の不働態皮膜が還元された後に前記還元性物質の供給を止め、前記アンモニアガスによる窒化のみを行わせる請求項1記載の高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法に関し、さらに詳しくは高クロム合金鋼を前処理を施すことなしにアンモニアガスによって窒化するアンモニアガス窒化方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 耐熱鋼やステンレス鋼などの高クロム合金鋼の窒化による表面硬化は、実用上の要求が極めて高い。現在、高クロム合金鋼の窒化において、もっとも要求頻度の高い機械部品は、自動車用エンジンの排気バルブと、カラープリンターなどの精密電子機械部品のステンレス製紙送りローラーとであろう。現在、日本の自動車生産台数は、トラック、乗用車その他を含めて年間1千万台といわれ、エンジンの排気バルブが1台につき平均4個必要であれば、4千万個のバルブを窒化しなければならない。

【0003】 現在、鋼材の窒化に使用されている窒化方法は、ガス窒化方法と、塩浴窒化方法とに大別される。ガス窒化方法は、高温のアンモニアガス中でアンモニア(NH_3)の解離により生じる発生機窒素により鋼材表面を窒化する方法である。しかし、高クロム合金鋼の場合には、表面にクロム(Cr)の水酸化物と酸化物($\text{CrO} \cdot n\text{H}_2\text{O}$, $\text{Cr}_2\text{O}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$)とから形成されている厚さ数nmのごく薄い非晶質の透明な不働態皮膜が緻密かつ強固に存在し(日本金属学会、講座・現代

の金属学「材料編4鉄鋼材料」等参照)、この不働態皮膜が工業的なアンモニアガスのみによる窒化を妨げ、窒化によって均一な窒化硬化層を形成させることは実用上不可能である。そのため、前処理(銅めっき、燐酸処理、ハロゲン化物処理、ショットピーニングなど)を施したり、あるいは他の気体(微量の酸素(O_2)), 空気、亜酸化窒素(N_2O)などを添加したりすることによって、不働態皮膜を還元あるいは機械的に除去する方法が、多く試行されてきた。例えば、過去の研究実験段階では、RXガス(吸熱型変成ガス:主成分($\text{CO} + \text{H}_2$))のほか微量の水(H_2O), 二酸化炭素(CO_2)を含有)の添加が窒化層形成に効果的であるとの報告はあるが、微量の酸化成分(H_2O , CO_2)が常に混在し、それが窒化むらをもたらして工業上の生産に結び付いていないのが現状である。

【0004】 一方、塩浴窒化方法は、シアン化アルカリとその酸化生成物であるシアン酸アルカリ(NaCNO または KCNO)とを主成分とする塩浴中で鋼材表面を窒化する方法である。特に、塩浴中に空気を送入して $\text{NaCN} \rightarrow \text{NaCNO}$ の酸化を積極的に進めて発生機窒素の発生量を増加させて窒化を促進する方法が、いわゆるタフトライド法である。現在、あらゆる産業上で要求される高クロム合金鋼の窒化は、タフトライド法によってほぼ100%が処理されている。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】 上述した従来のガス窒化方法は、前処理を施したりあるいは他の気体を添加したりすることによって不働態皮膜を還元あるいは機械的に除去する方法が多く、これらの方法はそれぞれ窒化むら、表面硬さの低下、多工程によるコスト高などの一長一短があり、低コストかつ連続生産の工業レベルに見合う品質を維持する窒化方法として確立されていないという問題点があった。

【0006】 また、塩浴窒化方法(タフトライド法)は、バッチ式であるために連続生産に難点があるばかりでなく、シアン廃液公害対策、処理後の水洗、水洗の不完全による部品の遅れ発錆などの問題点があった。

【0007】 本発明の目的は、熱分解により活性な一酸化炭素(CO)と還元性ラジカルとを高クロム合金鋼上において生成する物質(以下、還元性物質という)の蒸気あるいは噴霧をアンモニアガス中に混合して高クロム合金鋼を処理することにより、アンモニアと一酸化炭素との相互作用のうえに還元性ラジカルの働きによって高クロム合金鋼の表面の不働態皮膜を還元し、容易に窒化層が形成されるようにした高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】 本発明の高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法は、高温のアンモニアガス中に高クロム合金鋼を配置し、前記高クロム合金鋼が所定

の窒化温度に達した後に、熱分解により活性な一酸化炭素と還元性ラジカルとを金属表面において生成する還元性物質をアンモニアガス中に導入して前記高クロム合金鋼の表面の不働態皮膜を還元し、前記高クロム合金鋼のアンモニアガスによる窒化を容易にすることを特徴とする。

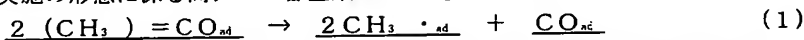
【0009】

【発明の実施の形態】次に、本発明の実施の形態について図面を参照して説明する。

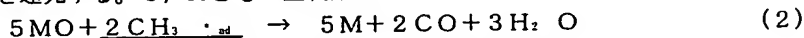
【0010】図1は、本発明の一実施の形態に係る高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法が適用されるガス窒化装置の概略図である。このガス窒化装置は、高クロム合金鋼1を収納する反応管2と、反応管2内を加熱する窒化炉（電気炉）3と、反応管2内の温度を測定する熱電対5と、還元性物質であるアセトン（ CH_3COCH_3 ）6を収容する恒温冷却槽7と、恒温冷却槽7内に収納されたメタノール（ CH_3OH ）およびドライアイス（ CO_2 ）の混合物でなる冷媒8と、水素ガス

（ H_2 ）を導入する配管11と、水素ガスを恒温冷却槽7に導く配管12と、配管11と配管12とを切り換えるバルブ13と、恒温冷却槽7から水素ガスを担体ガスとしてアセトン蒸気を導出する配管14と、配管11と配管14とを選択するバルブ15と、アンモニアガスを導入する配管16と、アンモニアと酸素（ $3\%\text{O}_2$ ）との混合気体を導入する配管17と、配管16と配管17とを選択的に切り換えるバルブ18と、バルブ18により選択された気体を反応管2内に導く配管19とから、その主要部が構成されている。なお、配管17およびバルブ18は、本実施の形態に係る高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法と従来の酸窒化方法との結果を比較するために設けられたものであり、本実施の形態に係る高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法のみを実施するためにはかならずしも必要ではない。

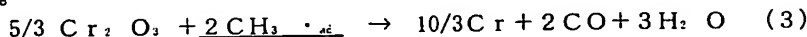
【0011】次に、本実施の形態に係る高クロム合金鋼*



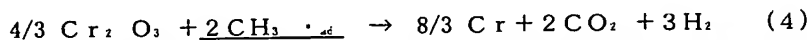
【0016】ここで、 \cdot_{ad} は、金属表面に吸着された状態を示す。メチル基 $\text{CH}_3 \cdot$ は、C-C間結合が切れて残った1個の孤立電子がラジカルとして強く金属表面に吸着し、表面の酸化物を還元する。C、Hともに金属酸※



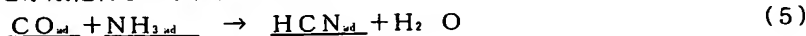
【0018】特に、高クロム合金鋼の場合、(3)式あるいは(4)式となる。



【0020】



【0021】また、 CO_{ad} が共存すれば、(5)式および(6)式の反応が起き、高クロム合金鋼の表面の不働態皮膜（Crの酸化物と水酸化物との水和物であるが、☆



【0023】

*のアンモニアガス窒化方法について、図1に示したガス窒化装置の働きとともに説明する。

【0012】まず、反応管2内を吸引しながらアンモニアガスを配管16、バルブ18、配管19を通じて反応管2内に導いて、反応管2内をアンモニアガスで置換する。次に、窒化炉3により反応管2を加熱し、この加熱によって高クロム合金鋼1が所定の窒化温度（実用的には $400 \sim 650^\circ\text{C}$ ）に達したことが熱電対5で検出されると、バルブ13を配管11と配管12とを接続するように切り換えると同時にバルブ15を配管14と配管11とを接続するように切り換え、恒温冷却槽7内に保持したアセトン容器に水素ガスを通じて、この水素ガスを担体ガスとしてアセトン蒸気を反応管2内に導く。すると、反応管2内でアセトンが熱分解することにより活発な一酸化炭素と還元性ラジカルとが高クロム合金鋼の表面において生成される。

【0013】ここで、アセトンが熱分解により活発な一酸化炭素と還元性ラジカルとを高クロム合金鋼の表面において生成する仕組みについて説明する。

【0014】低分子有機化合物、特に炭化水素の熱分解は、一般にC-C間、C-H間結合が切れて最終的に煤（C）と水素ガスとに変化するが、酸素、窒素、硫黄などを含む場合は、炭素、水素、窒素、硫黄などの酸化物も副生される（例えば、Steinfeld・Francisco・Hase著、佐藤伸訳、「化学動力学」第493～494頁、東京化学同人発行参照）。化合物、加熱速度および条件、触媒の存在などにより、分解生成物は変化し、一概には一般式で表せないが、アセトンの場合には、少なくとも、分子構造中のメチル基 $\text{CH}_3 \cdot$ と炭素Cとの間の結合が切れると考えられる。つまり、高クロム合金鋼の表面において、2個のメチル基 $\text{CH}_3 \cdot$ と一酸化炭素COとが生成することになる。アセトンの熱分解反応の一例を、(1)式に示す。

【0015】

※化物に対して還元性であるので、(2)式のように作用する。

【0017】

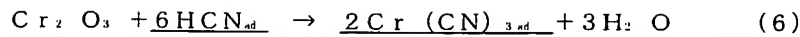
★【0019】

【0022】

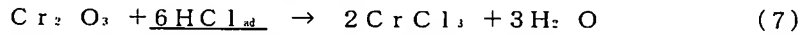
☆水酸化物から水がとれば酸化物となるので、反応式では Cr_2O_3 として表す）が還元される。

5

6



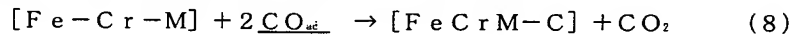
【0024】(6)式の反応で、高クロム合金鋼の表面の不働態皮膜は、還元されるばかりなく、 $\text{Cr}(\text{CN})_{3ad}$ のCとNとはただちに合金中に溶け込み、浸炭と窒化とが進む。ここに、 CN^- イオンは Cl^- イオンに似ているため、(7)式に示すハロゲンイオンによるのと*



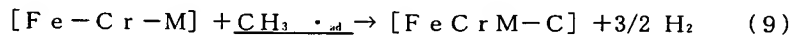
【0026】(7)式の反応が高クロム合金鋼を窒化する場合の一般的な前処理の原理である。

* 同様な強い還元反応が期待できる(例えば、桐山良一著、「構造無機化学」第74～75頁、共立出版発行等参照)。
【0025】
※示す CO_{ad} と $\text{CH}_3 \cdot_{ad}$ による浸炭、(10)式に示す NH_3_{ad} による窒化、および(11)式に示す HCN_{ad} による浸炭窒化が進むと考えられる。

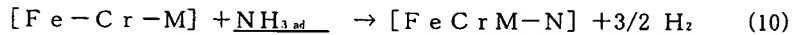
【0027】(2)～(4)式および(7)式により不働態皮膜が還元された後は、(8)式および(9)式に※



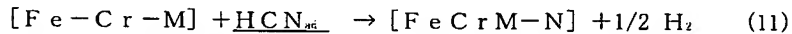
【0029】



【0030】



【0031】



【0032】ここで、 $[\text{Fe}-\text{Cr}-\text{M}]$ は高クロム合金鋼を示し、Mは、例えばNiなどの他の金属元素である。20 $[\text{FeCrM}-\text{C}]$ は、浸炭後の合金を示すが、炭素が合金中に単に溶け込んでいる場合(固溶体)と、クロム炭化物として合金中に存在する場合とがある。また、Mの性質により、それとの炭化物も生成する。窒化の場合は窒化物、浸炭窒化の場合には炭化物、窒化物およびそれらの複合体の炭・窒化物が考えられる。いずれにしても、合金の表面下には、 CrN 、 Cr_3C_2 、 Cr_7C_3 、 Cr_{23}C_6 (通常Crの1部分にFeが置き換わっている)などが形成される。

【0033】常にアセトン蒸気を供給すれば、窒化とともに浸炭が進む。窒化のみを望む場合は、高クロム合金鋼1の表面の不働態皮膜が還元された後、アセトンの供給を止め、アンモニアガスのみで処理を継続すればよい。

【0034】なお、上記実施の形態では、還元性物質としてアセトンを使用した場合について説明したが、還元性物質としてはアセトン等のケトン類の他に、アルデヒド類のホルムアルデヒド(HCHO)、アセトアルデヒド(CH_3CHO)等が考えられる。また、パラベンゾキノン($\text{C}_6\text{H}_4\text{O}_2$)が考えられるが、常温で固体 40 (融点:約116°C)であるので、融点以上に加熱しながら使用するか、アセトンに溶解して使用するかなければならない。なお、アセトン中にベンゼン(C_6H_6)、トルエン($\text{C}_6\text{H}_5\text{CH}_3$)等を混合すれば、その量に比例して浸炭性を強くすることができる。

【0035】また、アセトンの担体ガスとして水素ガスを使用した場合について説明したが、露点(水分)が-10°C以下程度に低いガス、例えば窒素ガス(N_2)、アルゴンガス(Ar)、メタンガス(CH_4)およびこれらの混合ガス等を使用することもできる。また、アセトンの供給は、噴霧方式などの他の方法でも可能である。

【0036】

【実施例】以上の見地から、SUS304鋼(18Cr-8Ni鋼)ならびに耐熱鋼であるSUH31鋼(14Cr-15Ni-2.5W鋼)およびSUH35鋼(21Cr-4Ni鋼)を、本発明の高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法で処理した。この結果、前処理としてあらかじめ特別な不働態皮膜の還元処理を施さなくとも十分な窒化層が形成された。

【0037】<実施例1> SUH35鋼(21Cr-4Ni鋼)に、従来の塩酸前処理アンモニアガス窒化方法および酸窒化方法と、本発明の高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法(アセトン温度が373および368Kの場合)とを適用し、得られた高クロム合金鋼の表面硬さ(ビッカース硬さ:HV)の比較を行ったところ、表1に示すような結果が得られた。なお、窒化条件は、処理温度は773、823および853K、処理時間が3.6、7.2および10.8キロ秒の各場合である。

【0038】

【表1】

SUH35鋼における窒化処理方法、窒化処理条件と表面硬さの関係

処理方法	処理時間 (キロ秒)	表 面 硬 さ (Hv)		
		処 理 温 度 (K)		
		773	823	853
ガス窒化方法 (塩酸前処理)	3.6	940	1210	1230
	7.2	1300	1160	1200
	10.8	1390	1210	1340
酸窒化方法	3.6	500	850	1030
	7.2	650	1050	1200
	10.8	980	1150	1160
本発明方法 アセトン温度 373K (0°C)	3.6	1170	1160	1240
	7.2	1300	1260	1270
	10.8	1300	1230	1240
本発明方法 アセトン温度 368K (-5°C)	3.6	1190	1230	1310
	7.2	1230	1260	1320
	10.8	1300	1290	1260

【0039】表1から、本発明の高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法によれば、従来の塩酸前処理ガス窒化方法に対して遜色のない表面硬さが得られたことがわかる。また、酸窒化方法により得られたものより表面硬さが優れていることがわかる。図2および図3は、SUH35鋼の窒化層の光学顕微鏡組織を表す1333倍拡大の図面代用写真であり、図2はアセトン温度368Kの場合、図3はアセトン温度373Kの場合をそれぞれ示す。窒化条件は、処理温度823Kで、処理時間10.8キロ秒である。図2および図3からアセトン浴の温度が窒化層の厚さに影響することがわかる。アセトン浴の温度に応じて窒化層の厚さが変わるの、図4に示すアセトン蒸気圧-温度のグラフを見るとわかるように、アンモニアに対するアセトンの混合比（アセトン蒸気のパーセント）が変わるからである。なお、アセトン蒸気をアンモニア中に混合する場合、その量を変化させる方法には、①アセトンの温度を変える方法と、②バブリングさせる水素ガスの流量を変える方法とがある。

【0040】＜実施例2＞ SUH31鋼（14Cr-15Ni-2.5W鋼）をアセトン蒸気の供給量を変えて窒化した。

【0041】図5～図7は、SUH31鋼の窒化層の光学顕微鏡組織を表す625倍拡大の図面代用写真であり、図5はアセトン温度368Kの場合、図6はアセトン温度373Kの場合、図7はアセトン温度383Kの場合をそれぞれ示す。窒化条件は、処理温度823Kで、処理時間10.8キロ秒である。図5～図7から、アセトン蒸気の供給量を多くする（アセトン浴の温度を高くする）と、窒化層の厚さが変化するが、いずれの場合も十分な窒化層が形成されている。

【0042】＜実施例3＞ SUS304鋼（18Cr-8Ni鋼）をアセトン蒸気の供給量を変えて窒化した。

【0043】図8～図10は、SUS304鋼の窒化層の光学顕微鏡組織を表す150倍拡大の図面代用写真であり、図8はアセトン温度368Kの場合、図9はアセトン温度373Kの場合、図10はアセトン温度378Kの場合をそれぞれ示す。窒化条件は、処理温度823Kで、処理時間7.2キロ秒である。図8～図10から、アセトン蒸気の供給量を多くする（アセトン浴の温度を高くする）と、窒化層の厚さが変化するが、いずれの場合も十分な窒化層が形成されている。

【0044】＜実施例4＞ 本発明の高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法を実用のSUS304鋼製の紙送りローラーに対して適用した。この紙送りローラーは、表面に高さの等しい多数の微小突起を微小間隔で均一に分布させているものである。

【0045】図11は、SUS304鋼製の紙送りローラーの窒化層の光学顕微鏡組織を表す110倍拡大の図面代用写真である。窒化条件は、処理温度は803Kで、処理時間は1.8キロ秒である。図11からもわかるように、突起部および周辺にも使用に耐えうる十分な窒化層の形成が認められた。

【0046】

【発明の効果】以上説明したように、本発明の高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法によれば、高温のアンモニアガス中で高クロム合金鋼が所定の窒化温度に達した後に、熱分解により活性な一酸化炭素と還元性ラジカルとを金属表面において生成する還元性物質をアンモニアガス中に供給して高クロム合金鋼の表面の不働態皮膜を還元し、高クロム合金鋼のアンモニアガスによる窒化を容易にするようにしたことにより、気体を用いる方法であるために連続生産が可能であるばかりでなく、塩浴窒化方法の欠点を克服することができ、安定した品質の管理により均一な高クロム合金鋼の窒化を容易に行うことができるという効果がある。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の一実施の形態に係る高クロム合金鋼のアンモニアガス窒化方法が適用されたガス窒化装置の概略構成図である。

【図2】アセトン温度368Kで処理した場合のSUH35鋼の窒化層の光学顕微鏡組織を表す1333倍拡大の図面代用写真である。

【図3】アセトン温度373Kで処理した場合のSUH35鋼の窒化層の光学顕微鏡組織を表す1333倍拡大の図面代用写真である。

【図4】アセトン蒸気圧-温度との関係を表すグラフである。

【図5】アセトン温度368Kで処理した場合のSUH31鋼の窒化層の光学顕微鏡組織を表す625倍拡大の図面代用写真である。

【図6】アセトン温度373Kで処理した場合のSUH31鋼の窒化層の光学顕微鏡組織を表す625倍拡大の図面代用写真である。

【図7】アセトン温度383Kで処理した場合のSUH31鋼の窒化層の光学顕微鏡組織を表す625倍拡大の図面代用写真である。

【図8】アセトン温度368Kで処理した場合のSUS304鋼の窒化層の光学顕微鏡組織を表す150倍拡大の図面代用写真である。

【図9】アセトン温度373Kで処理した場合のSUS304鋼の窒化層の光学顕微鏡組織を表す150倍拡大の図面代用写真である。

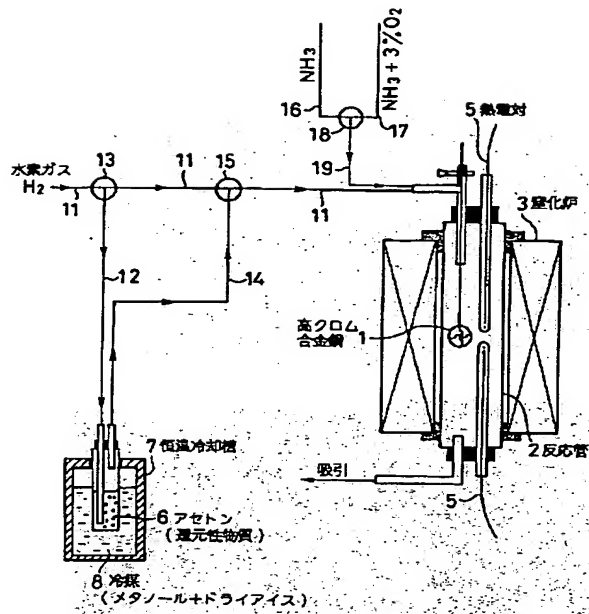
【図10】アセトン温度378Kで処理した場合のSUS304鋼の窒化層の光学顕微鏡組織を表す150倍拡大の図面代用写真である。

【図11】SUS304鋼製紙送りローラーの表面窒化層の光学顕微鏡組織を表す110倍拡大の図面代用写真である。

【符号の説明】

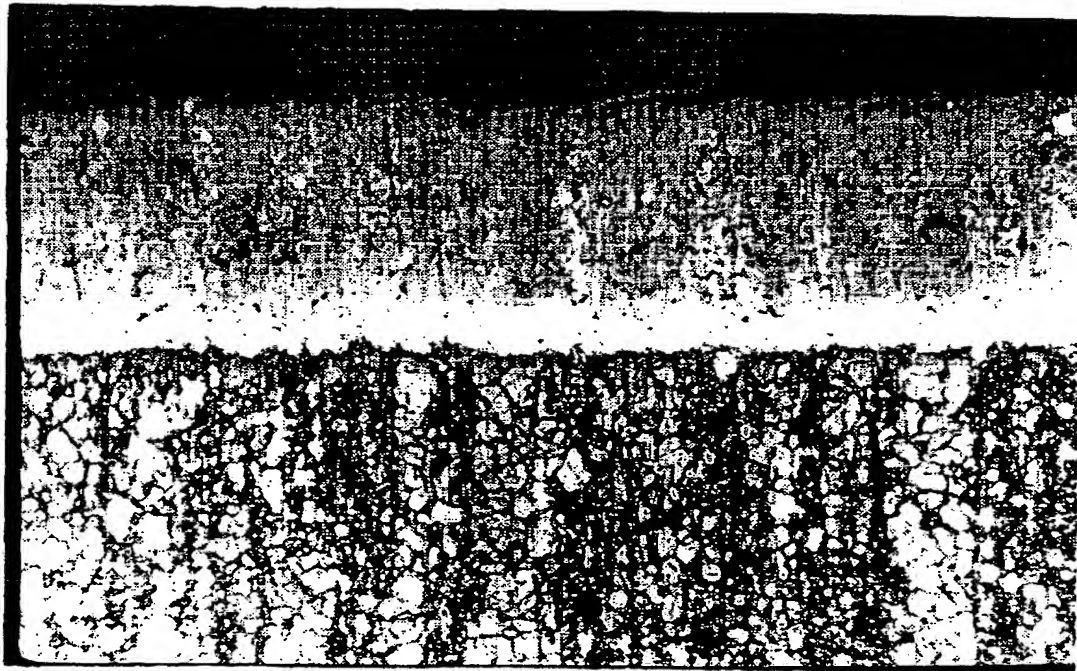
- 1 高クロム合金鋼
- 2 反応管
- 3 窒化炉
- 5 熱電対
- 6 アセトン（還元性物質）
- 7 恒温冷却槽
- 8 冷媒（メタノール+ドライアイス）
- 11, 12, 14, 16, 17, 19 配管
- 13, 15, 17 バルブ

【図1】



【図2】

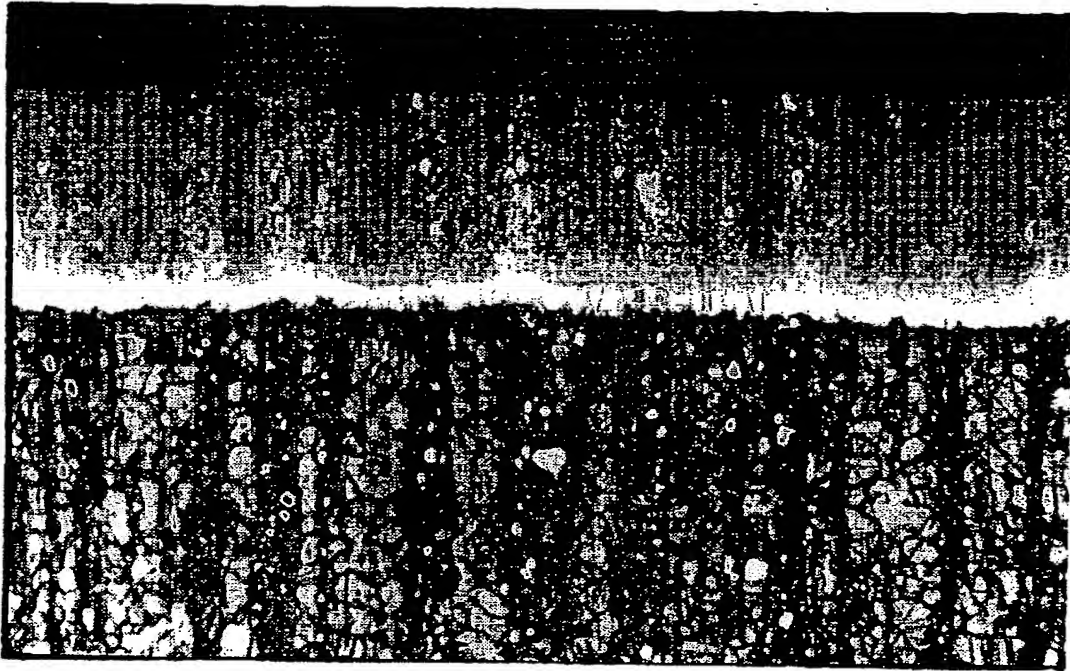
図面代用写真



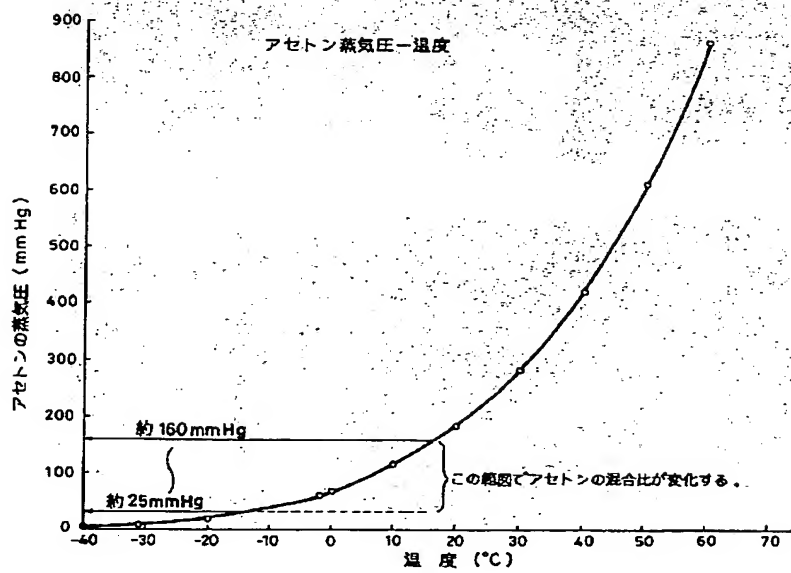
THIS PAGE BLANK (USPTO)

【図3】

図面代用写真



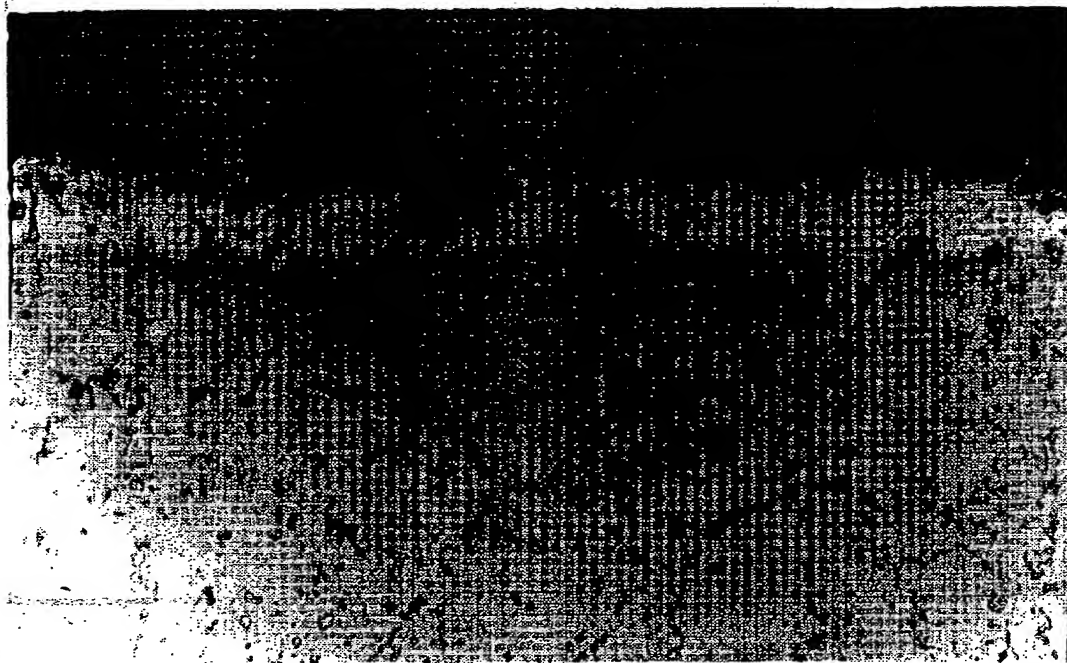
【図4】



THIS PAGE BLANK (USPTO)

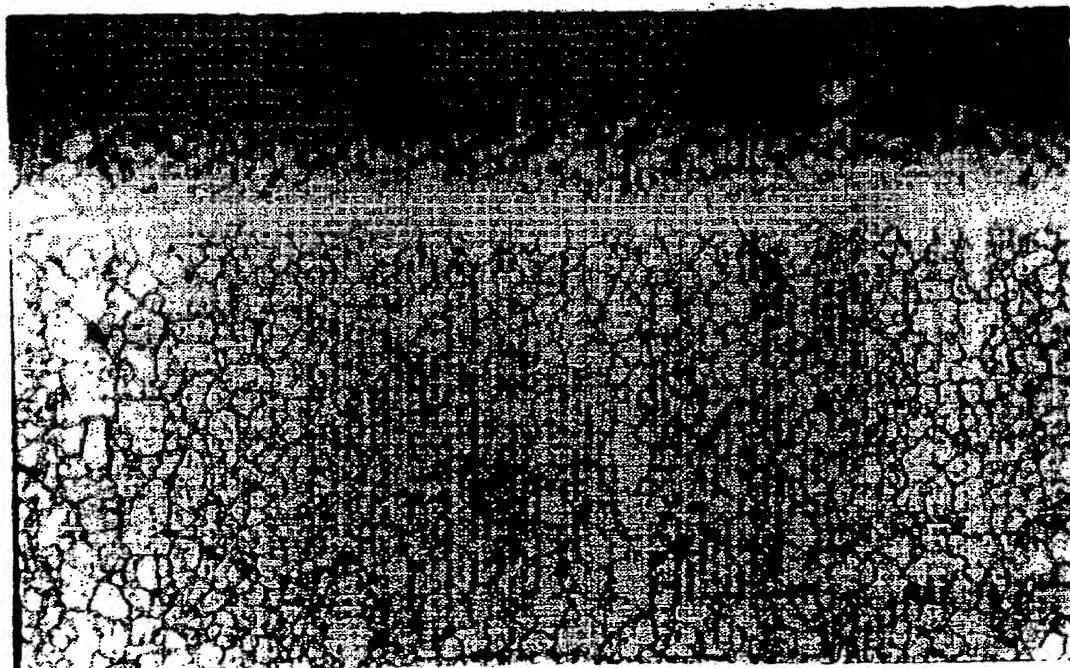
【図5】

図面代用写真



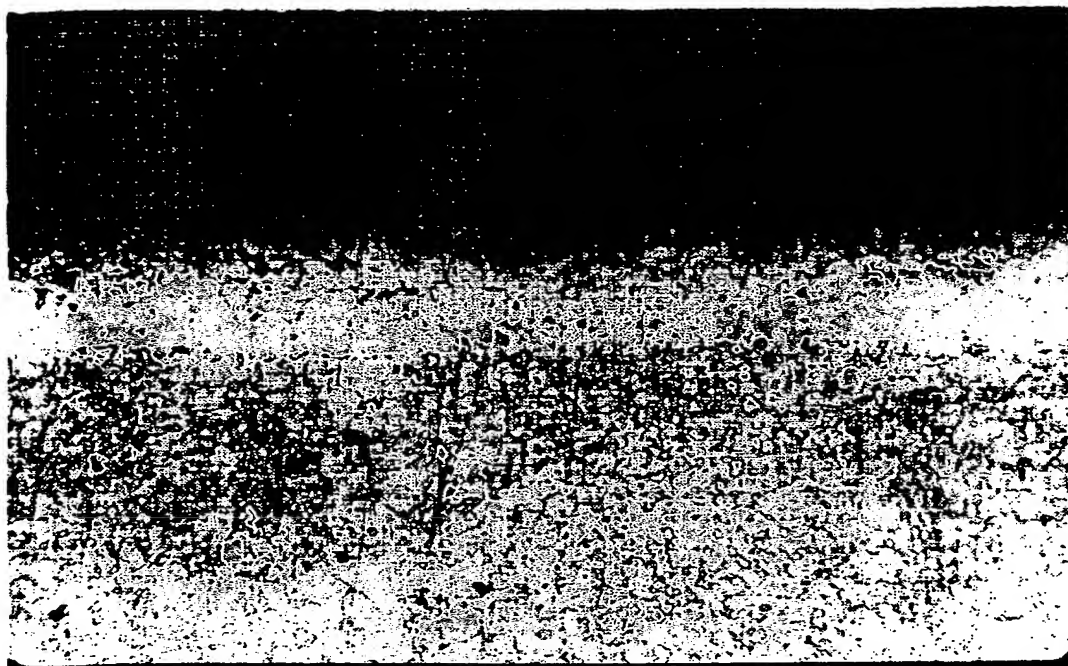
【図6】

図面代用写真



THIS PAGE BLANK (USPTO)

【図7】



図面代用写真

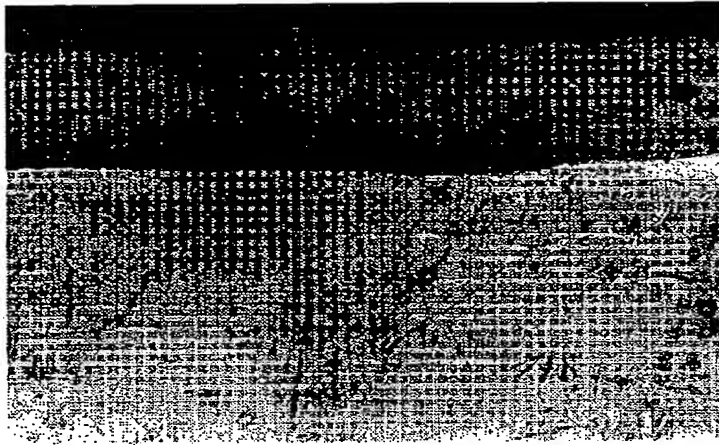
【図8】



図面代用写真

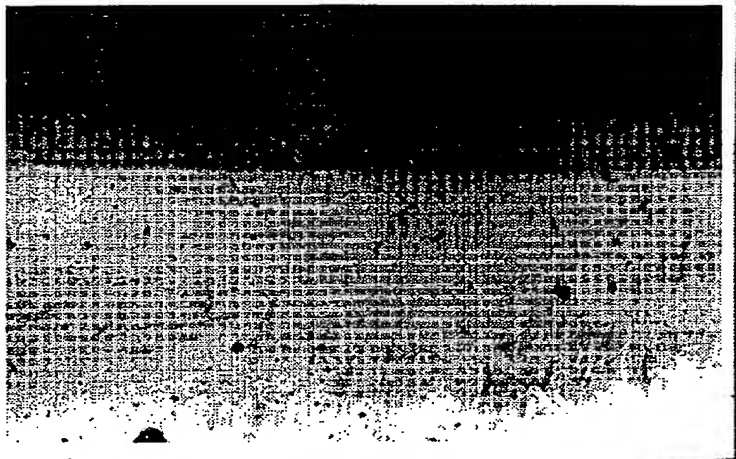
THIS PAGE BLANK (USPTO)

【図9】



図面代用写真

【図10】



図面代用写真

THIS PAGE BLANK (USPTO)

(12)

特開平10-219418

【図11】



図面代用写真



THIS PAGE BLANK (USPTO)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☒ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☒ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☒ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☒ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)